

# NONMAGNETIC PARTICULATE POWDER FOR NONMAGNETIC UNDERLAYER OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM, ITS PRODUCTION AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

**Patent number:** JP2000143250  
**Publication date:** 2000-05-23  
**Inventor:** HAYASHI KAZUYUKI; IWASAKI KEISUKE; MORII HIROKO  
**Applicant:** TODA KOGYO CORP  
**Classification:**  
- **International:** (IPC1-7): C01G49/06; G11B5/738  
- **European:**  
**Application number:** JP19980313609 19981104  
**Priority number(s):** JP19980313609 19981104

**Report a data error here**

## Abstract of JP2000143250

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain nonmagnetic particulate powder for a nonmagnetic underlayer of a magnetic recording medium excellent in surface smoothness and uniform in minor axis size by specifying the geometric standard deviations of major and minor axis sizes of acicular hematite particles and the BET specific surface area and average major axis size of the particles. **SOLUTION:** Nonmagnetic particulate powder comprises acicular hematite. The geometric standard deviations of major and minor axis sizes of the powder are  $\leq 1.5$  and  $\leq 1.3$ , respectively, the BET specific surface area of the powder is 40-150 m<sup>2</sup>/g and the average major axis size is 0.01-0.2  $\mu$ m. The acicular hematite particulate powder is preferably coated with a surface coating comprising at least one selected from hydroxides and oxides of aluminum and silicon. The average minor axis size of the powder is preferably 0.005-0.1  $\mu$ m and the axial ratio of the powder (ratio between average major and minor axis sizes) is preferably 2-20.

---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-143250

(P 2 0 0 0 - 1 4 3 2 5 0 A)

(43) 公開日 平成12年5月23日 (2000.5.23)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>

識別記号

F I

ターマコード (参考)

C01G 49/06

C01G 49/06

A 4G002

G11B 5/738

G11B 5/704

U 5D006

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全13頁)

(21) 出願番号 特願平10-313609

(22) 出願日 平成10年11月4日 (1998.11.4)

(71) 出願人 000166443

戸田工業株式会社

広島県広島市西区横川新町7番1号

(72) 発明者 林 一之

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72) 発明者 岩崎 敬介

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72) 発明者 森井 弘子

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末及びその製造法並びに磁気記録媒体

(57) 【要約】

【課題】 表面平滑性がより優れた磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適な針状ヘマタイト粒子粉末を提供する。

【解決手段】 表面平滑性がより優れた磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適な針状ヘマタイト粒子粉末とは、長軸径の幾何標準偏差値が1.5以下であって短軸径の幾何標準偏差値が1.3以下であり、且つ、BET比表面積値が40~150m<sup>2</sup>/gである平均長軸径が0.01~0.2μmの針状ヘマタイト粒子粉末からなる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 長軸径の幾何標準偏差値が 1.5 以下であって短軸径の幾何標準偏差値が 1.3 以下であり、且つ、BET 比表面積値が  $40 \sim 150 \text{ m}^2/\text{g}$  である平均長軸径が  $0.01 \sim 0.2 \mu\text{m}$  の針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末。

【請求項 2】 請求項 1 記載の針状ヘマタイト粒子粉末の粒子表面が、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物から選ばれた少なくとも一種からなる表面被覆物によって被覆されていることを特徴とする磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末。

【請求項 3】 針状ゲータイト粒子粉末を  $550 \sim 850^\circ\text{C}$  の温度範囲で加熱脱水処理して針状ヘマタイト粒子粉末とするに当って、前記加熱脱水処理に先立ってあらかじめ、前記ゲータイト粒子粉末を  $100 \sim 200^\circ\text{C}$  の温度範囲で加熱処理して該ゲータイト粒子粉末に含まれているゲータイト超微粒子をゲータイト粒子に吸収させておくことを特徴とする請求項 1 記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末の製造法。

【請求項 4】 非磁性支持体、該非磁性支持体上に形成される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる非磁性下地層及び該非磁性下地層の上に形成される磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる磁気記録層からなる磁気記録媒体において、前記非磁性粒子粉末が請求項 1 又は請求項 2 記載の非磁性下地層用非磁性粒子粉末であることを特徴とする磁気記録媒体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、表面平滑性がより優れた磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適な針状ヘマタイト粒子粉末を提供する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、ビデオ用、オーディオ用磁気記録再生用機器の長時間記録化、小型軽量化が進むにつれて、磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体に対する高性能化、即ち、高密度記録化、高出力特性、殊に周波数特性の向上、低ノイズ化の要求が益々強まっている。

【0003】 殊に、近時におけるビデオテープの高画像高画質化に対する要求は益々強まっており、従来のビデオテープに比べ、記録されるキャリアー信号の周波数が短波長領域に移行しており、その結果、磁気テープの表面からの磁化深度が著しく浅くなっている。

【0004】 短波長信号に対して、磁気記録媒体の高出力特性、殊に、S/N 比を向上させるためには、磁気記録層の薄層化が強く要求されている。この事実、例えば、株式会社総合技術センター発行「磁性材料の開発と磁粉の高分散化技術」（1982 年）第 312 頁の「…

…塗布型テープにおける高密度記録のための条件は、短波長信号に対して、低ノイズで高出力特性を保持できることであるが、その為には保磁力  $H_c$  と残留磁化  $B_r$  が…共に大きいことと塗布膜の厚みがより薄いことが必要である。…」なる記載の通りである。

【0005】 磁気記録層の薄層化が進む中で、磁気記録層の平滑化と厚みむらの問題が生じている。周知の通り、磁気記録層を平滑で厚みむらが無いものとするためには、ベースフィルムの表面もまた平滑でなければならぬ。この事実、例えば、工学情報センター出版部発行「磁気テープヘッド走行系の摩擦摩耗発生要因とトラブル対策—総合技術資料集（—以下、総合技術資料集という—）」（昭和 62 年）第 180 及び 181 頁の「…硬化後の磁性層表面粗さは、ベースの表面粗さ（バック面粗さ）に強く依存し両者はほぼ比例関係にあり、…磁性層はベースの上に塗布されているからベースの表面を平滑にすればするほど均一で大きなヘッド出力が得られ S/N が向上する。…」なる記載の通りである。

【0006】 そこで、ベースフィルム等の非磁性支持体上に針状ヘマタイト粒子等の非磁性粒子粉末を結合剤樹脂中に分散させてなる下地層（以下、非磁性下地層という。）を少なくとも一層設けることにより、磁気記録層の表面性の悪化や電磁変換特性を劣化させる等の問題を解決することが提案され、実用化されている。（特公平 6-93297 号公報、特開昭 62-159338 号公報、特開昭 63-187418 号公報、特開平 4-167225 号公報、特開平 4-325915 公報、特開平 5-73882 号公報、特開平 5-182177 号公報、特開平 9-170003 号公報等）

【0007】 下地層の表面平滑性の改善は強く求められており、これまで長軸径の粒度に注目して、非磁性粒子粉末である針状ヘマタイト粒子粉末の分散性を向上させることが試みられてきた。（特開平 9-170003 号公報、特開平 10-198948 号公報、特開平 10-273325 号公報等）。

【0008】 更に、下地層の表面をより平滑にするために、針状ヘマタイト粒子粉末の分散性を改善することが望まれており、本出願人は、針状ヘマタイト粒子中のヘマタイト超微粒子を除去したヘマタイト粒子に係る発明を出願している（特願平 9-342163 号）。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】 表面平滑性がより優れた磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適である、均質な粒度を有する、殊に短軸径の粒度が均斉である針状ヘマタイト粒子粉末は現在最も要求されているところであるが、未だ得られていない。

【0010】 即ち、前出特開平 9-170003 号公報には、針状ゲータイト粒子又は該針状ゲータイト粒子を加熱脱水して得られた針状ヘマタイト粒子を  $550^\circ\text{C}$  で以

上の温度で加熱して高密度化された針状ヘマタイト粒子を得る方法が記載されているが、後出比較例に示す通り、短軸径の幾何標準偏差値が高いため、短軸径の粒度が十分に均斉といえるものではない。

【0011】また、前出特願 9-342163 号は、針状ヘマタイト粒子粉末を酸溶解することにより、針状ヘマタイト粒子粉末中に存在する針状ヘマタイト微粒子成分を溶解し、粒子径の粒度分布を改善したものであるが、後出比較例に示す通り、短軸径の幾何標準偏差値が高いため、短軸径の粒度が十分に均斉であるとはいえないものである。

【0012】そこで、本発明は、表面平滑性に優れた磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適な、均質な粒度を有する、殊に短軸径の粒度が均斉である針状ヘマタイト粒子粉末を得ることを技術的課題とする。

【0013】

【課題を解決する為の手段】前記技術的課題は、次の通りの本発明によって達成できる。

【0014】即ち、本発明は、長軸径の幾何標準偏差値が 1.5 以下であって短軸径の幾何標準偏差値が 1.3 以下であり、且つ、BET 比表面積値が  $40 \sim 150 \text{ m}^2/\text{g}$  である平均長軸径が  $0.01 \sim 0.2 \mu\text{m}$  の針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末である（本発明 1）。

【0015】また、本発明は、本発明 1 における針状ヘマタイト粒子粉末の粒子表面が、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物から選ばれる少なくとも一種からなる表面被覆物によって被覆されていることを特徴とする磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末である（本発明 2）。

【0016】また、本発明は、針状ゲータイト粒子粉末を  $550 \sim 850^\circ\text{C}$  の温度範囲で加熱脱水処理して針状ヘマタイト粒子粉末とするに当って、前記加熱脱水処理に先立ってあらかじめ、前記ゲータイト粒子粉末を  $100 \sim 200^\circ\text{C}$  の温度範囲で加熱処理して該ゲータイト粒子粉末に含まれているゲータイト超微粒子をゲータイト粒子に吸収させておくことを特徴とする上記記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末の製造法である。

【0017】また、本発明は、非磁性支持体、該非磁性支持体上に形成される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる非磁性下地層及び該非磁性下地層の上に形成される磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる磁気記録層からなる磁気記録媒体において、前記非磁性粒子粉末が上記本発明 1 及び本発明 2 に係る各非磁性下地層用非磁性粒子粉末であることを特徴とする磁気記録媒体である。

【0018】次に、本発明の構成をより詳しく説明す

ば次の通りである。

【0019】まず、本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末について述べる。

【0020】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末は、長軸径の幾何標準偏差値が 1.5 以下であって短軸径の幾何標準偏差値が 1.3 以下であり、且つ、BET 比表面積値が  $40 \sim 150 \text{ m}^2/\text{g}$  である平均長軸径が  $0.01 \sim 0.2 \mu\text{m}$  の針状ヘマタイト粒子からなる。

【0021】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末の粒子形状は、針状である。ここで「針状」とは、文字どおりの針状はもちろん、紡錘状や米粒状などを含む意味である。

【0022】長軸径の幾何標準偏差値が 1.5 を超える場合及び短軸径の幾何標準偏差値が 1.3 を超える場合には、存在する粗大粒子が塗膜の表面平滑性に悪影響を与えるために好ましくない。塗膜の表面平滑性を考慮すれば、長軸径の幾何標準偏差値は、好ましくは 1.40 以下、より好ましくは 1.35 以下である。また、短軸径の幾何標準偏差値は、好ましくは 1.28 以下、より好ましくは 1.25 である。工業的な生産性を考慮すれば、得られる針状ヘマタイト粒子の長軸径及び短軸径の幾何標準偏差値の下限値は、1.01 である。

【0023】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末の平均長軸径が  $0.01 \mu\text{m}$  未満の場合には、粒子の微粒子化による分子間力の増大により、ビヒクル中における分散が困難となる。平均長軸径が  $0.2 \mu\text{m}$  を超える場合には、粒子サイズが大きすぎるため、塗膜の表面平滑性を害するので好ましくない。ビヒクル中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すれば平均長軸径は  $0.02 \sim 0.1 \mu\text{m}$  が好ましい。

【0024】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末の平均短軸径は  $0.005 \sim 0.1 \mu\text{m}$  が好ましい。

【0025】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末の平均短軸径の下限值及び上限値を定めた理由は、上記平均長軸径の場合と同様である。ビヒクル中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すれば平均短軸径は  $0.01 \sim 0.05 \mu\text{m}$  が好ましい。

【0026】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末は、BET 比表面積値が  $40 \sim 150 \text{ m}^2/\text{g}$  である。BET 比表面積値の下限值及び上限値を定めた理由は、上記平均長軸径の上限値及び下限値と同様である。ビヒクル中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すれば、BET 比表面積値は  $45 \sim 100 \text{ m}^2/\text{g}$  が好ましく、より好ましくは  $50 \sim 80 \text{ m}^2/\text{g}$  である。

【0027】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末は、軸比（平均長軸径と平均短軸径の比）が  $2 \sim 20$  が好ましい。軸比が 2 未満の場合には、十分なスティフネスを有する塗膜が得られ難い。軸比が 20 を超える場合には、ビヒクル中での粒子の絡み合いが多くなり、分散性が悪くなったり、粘度が増加したりすることがある。

【0028】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末の密度化の程度は、0.5～2.5が好ましい。密度化の程度はBET法により測定した比表面積 $S_{BET}$ 値と電子顕微鏡写真に示されている粒子から計測された長軸径及び短軸径から算出した表面積 $S_{TEM}$ 値との比( $S_{BET}/S_{TEM}$ 値)で示した。

【0029】 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値が0.5未満の場合には、針状ヘマタイト粒子粉末の高密度化が達成されているが、粒子及び粒子相互間の焼結により、粒子径が増大しており、十分な表面平滑性を有する塗膜が得られない。 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値が2.5を超える場合には、高密度化が十分ではなく、粒子内部及び粒子表面に多数の脱水孔が存在するため、ビヒクル中における分散性が不十分となる。ビヒクル中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すると $S_{BET}/S_{TEM}$ 値は0.7～2.0が好ましく、より好ましくは0.8～1.6である。

【0030】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末は、必要により、粒子表面がアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物から選ばれる少なくとも1種からなる表面被覆物によって被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末は、ビヒクル中に分散させる場合に、結合剤樹脂とのなじみがよく、容易に所望の分散度が得られ易い。

【0031】前記被覆物の量は、針状ヘマタイト粒子粉末に対しアルミニウムの水酸化物やアルミニウムの酸化物はAl換算で、ケイ素の水酸化物やケイ素の酸化物は $SiO_2$ 換算で、それぞれ0.01～50重量%が好ましい。0.01重量%未満である場合には、被覆による分散性向上効果がほとんどなく、50重量%を超える場合には、被覆効果が飽和するため、必要以上に被覆する意味がない。ビヒクル中における分散性向上効果及び工業的な生産性を考慮すれば、0.05～20重量%がより好ましい。

【0032】アルミニウム化合物とケイ素化合物とを併せて使用する場合には、針状ヘマタイト粒子粉末に対し、Al換算量と $SiO_2$ 換算量との総和で0.01～50重量%が好ましい。

【0033】本発明に係る表面被覆物で被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末は、表面被覆物で被覆されていない本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末とほぼ同程度の粒子サイズ、幾何標準偏差値、軸比、BET比表面積値及び $S_{BET}/S_{TEM}$ 値を有している。

【0034】次に、本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末の製造法について述べる。

【0035】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末は、第一鉄塩と水酸化アルカリ水溶液、炭酸アルカリ水溶液又は水酸化アルカリ・炭酸アルカリ水溶液のいずれかの水溶液を用いて反応して得られる鉄含有沈殿物を含む懸

濁液に空気等の酸素含有ガスを通気しゲータイト粒子粉末を生成させ、該ゲータイト粒子粉末を100～200℃の温度範囲で加熱処理した後、更に550～850℃の温度範囲で加熱脱水処理して得ることができる。

【0036】本発明における出発原料粒子粉末としてのゲータイト粒子粉末は、長軸径の幾何標準偏差値が1.7以下、短軸径の幾何標準偏差値が1.5以下、平均長軸径が0.01～0.25 $\mu m$ 、平均短軸径が0.005～0.17 $\mu m$ 、BET比表面積値が50～250 $m^2/g$ であるものを用いる。

【0037】なお、ゲータイト粒子の生成反応中に、粒子の長軸径、短軸径、軸比等の諸特性向上のために通常添加されているNi、Zn、P、Si等の異種元素が添加されていても支障はない。

【0038】加熱処理温度が100℃未満の場合、ゲータイト超微粒子を十分にゲータイト粒子に吸収させることが困難であり、粒度が均質な粒子を得ることができない。200℃を超える場合、ゲータイト超微粒子成分が存在したままゲータイト粒子の脱水が始まるため、粒子間で焼結が起こり、粒度が均質な粒子を得ることができない。工業的な生産性を考慮すれば加熱処理温度は好ましくは、120～200℃である。

【0039】加熱処理の時間は、5～60分が好ましい。

【0040】100～200℃の温度範囲で加熱処理したゲータイト粒子粉末は、平均長軸径が0.01～0.2 $\mu m$ 、平均短軸径が0.007～0.18 $\mu m$ 、長軸径の幾何標準偏差値が1.5以下、短軸径の幾何標準偏差値が1.3以下、BET比表面積値が50～250 $m^2/g$ である。

【0041】加熱脱水処理の温度が550℃未満の場合には、高密度化が不十分であるためヘマタイト粒子の粒子内部及び粒子表面に脱水孔が多数存在しており、その結果、ビヒクル中における分散性が不十分となり、非磁性下地層を形成した時、表面平滑な塗膜が得られにくい。850℃を超える場合には、針状ヘマタイト粒子の高密度化は十分なされているが、粒子及び粒子相互間の焼結が生じるため、粒子径が増大し、同様に表面平滑な塗膜は得られにくい。加熱温度の上限値は好ましくは800℃である。

【0042】なお、本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末としては、100～200℃の温度範囲で加熱処理したゲータイト粒子粉末を、250～500℃の温度範囲で加熱脱水処理を行い低密度針状ヘマタイト粒子粉末を得、次いで、該低密度針状ヘマタイト粒子粉末を550～850℃の温度範囲で焼きしめを行うことにより得られる高密度針状ヘマタイト粒子粉末であることが好ましい。

【0043】低密度化の加熱脱水温度が250℃未満の場合には、脱水反応に長時間を要する。加熱脱水温度が

500℃を超える場合には、脱水反応が急激に生じ、粒子の形状が崩れやすくなったり、粒子相互間の焼結を引き起こす可能性がある。加熱脱水処理して得られる針状ヘマタイト粒子は、ゲータイト粒子から $H_2O$ が脱水され、脱水孔を多数有する低密度粒子であり、BET比表面積値が針状ゲータイト粒子の1.2～2倍程度となる。

【0044】焼きしめの温度が550℃未満の場合には、高密度化が不十分であるためヘマタイト粒子の粒子内部及び粒子表面に脱水孔が多数存在しており、その結果、ビヒクル中における分散性が不十分となり、非磁性下地層を形成した時、表面平滑な塗膜が得られにくい。850℃を超える場合には、針状ヘマタイト粒子の高密度化は十分なされているが、粒子及び粒子相互間の焼結が生じるため、粒子径が増大し、同様に表面平滑な塗膜は得られにくい。加熱温度の上限値は好ましくは800℃である。

【0045】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末は、550～850℃の加熱脱水処理又は高密度化のための焼きしめ処理に先立って、あらかじめ粒子表面を焼結防止剤で被覆処理しておくことが好ましい。焼結防止剤による被覆処理は、出発原料粒子粉末である針状ゲータイト粒子粉末又は100～200℃で加熱処理後の針状ゲータイト粒子粉末を250～500℃の温度範囲で加熱脱水処理して得られる低密度針状ヘマタイト粒子粉末を含む水懸濁液中に焼結防止剤を添加し、混合攪拌した後、濾別、水洗、乾燥すればよい。

【0046】焼結防止剤としては、通常使用されるヘキサメタリン酸ナトリウム、ポリリン酸、オルトリン酸等のリン化合物、3号水ガラス、オルトケイ酸ナトリウム、メタケイ酸ナトリウム、コロイダルシリカ等のケイ素化合物、ホウ酸等のホウ素化合物、酢酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム等のアルミニウム塩や、アルミン酸ソーダ等のアルミン酸アルカリ塩、アルミナゾル等のアルミニウム化合物、硫酸チタン等のチタン化合物を使用することができる。

【0047】次に、本発明に係る表面被覆物で被覆されている針状ヘマタイト粒子の表面被覆処理は、本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末を水溶液中に分散して得られる水懸濁液に、アルミニウム化合物、ケイ素化合物又は当該両化合物を添加して混合攪拌することにより、または、必要により、混合攪拌後にpH値を調整することにより、前記針状ヘマタイト粒子の粒子表面に、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物を被覆すればよく、次いで、濾別、水洗、乾燥、粉碎する。必要により、更に、脱気・圧密処理等を行ってもよい。

【0048】表面被覆処理に用いるアルミニウム化合物及びケイ素化合物としては、前出焼結防止剤として用い

ているアルミニウム化合物及びケイ素化合物と同じものが使用できる。

【0049】次に、本発明に係る磁気記録媒体について述べる。

【0050】本発明に係る磁気記録媒体は、非磁性支持体、該非磁性支持体上に形成された非磁性下地層及び該非磁性下地層上に形成された磁気記録層とからなる。

【0051】前記非磁性支持体としては、現在、磁気記録媒体に汎用されているポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリカーボネート、ポリエチレンナフタレート、ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリイミド等の合成樹脂フィルム、アルミニウム、ステンレス等金属の箔や板および各種の紙を使用することができる。その厚みは、その材質により種々異なるが、通常好ましくは1.0～300 $\mu m$ 、より好ましくは2.0～200 $\mu m$ である。磁気ディスクの場合、非磁性支持体としてはポリエチレンテレフタレートが通常用いられ、その厚みは、通常50～300 $\mu m$ 、好ましくは60～200 $\mu m$ である。磁気テープの場合は、ポリエチレンテレフタレートの場合、その厚みは、通常3～100 $\mu m$ 、好ましくは4～20 $\mu m$ 、ポリエチレンナフタレートの場合、その厚みは、通常3～50 $\mu m$ 、好ましくは4～20 $\mu m$ 、ポリアミドの場合、その厚みは、通常2～10 $\mu m$ 、好ましくは3～7 $\mu m$ である。

【0052】本発明における非磁性下地層は、本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末又は本発明に係る表面被覆物で被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末と結合剤樹脂とからなる。

【0053】結合剤樹脂としては、現在、磁気記録媒体の製造にあたって汎用されている塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ウレタン樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル-マレイン酸共重合体、ウレタンエラストマー、ブタジエン-アクリロニトリル共重合体、ポリビニルブチラール、ニトロセルロース等セルロース誘導体、ポリエステル樹脂、ポリブタジエン等の合成ゴム系樹脂、エポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイソシアネート、電子線硬化型アクリルウレタン樹脂等とその混合物を使用することができる。また、各結合剤樹脂には $-OH$ 、 $-COOH$ 、 $-SO_3M$ 、 $-OPO_2M_2$ 、 $-NH_2$ 等の極性基（但し、MはH、Na、Kである。）が含まれていてもよい。本発明に係る針状ヘマタイト粒子のビヒクル中における分散性を考慮すれば、極性基として $-COOH$ 、 $-SO_3M$ が含まれている結合剤樹脂が好ましい。

【0054】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末又は本発明に係る表面被覆物で被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂100重量部に対し、針状ヘマタイト粒子粉末が5～2000重量部、好ましくは100～1000重量部である。

【0055】非磁性支持体上に形成された非磁性下地層

10

20

30

40

50

の塗膜厚さは、0.2～10 $\mu$ mである。0.2 $\mu$ m未満の場合には、非磁性支持体の表面粗さを改善することが困難となり、スティフネスも不十分となりやすい。磁気記録媒体の薄層化及び塗膜のスティフネスを考慮すれば、塗膜厚さはより好ましくは0.5～5 $\mu$ mである。

【0056】なお、非磁性下地層に、通常の磁気記録媒体の製造に用いられる潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤等を、必要により、添加してもよい。

【0057】粒子表面が前記表面被覆物によって被覆されていない本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末を用いた非磁性下地層は、塗膜の光沢度が188～300%、好ましくは193～300%、より好ましくは198～300%であって、塗膜表面粗度Raが0.5～8.8nm、好ましくは0.5～8.2nmであって、より好ましくは0.5～7.8nm、塗膜のスティフネスは、ヤング率（相対値）が119～160、好ましくは120～160である。

【0058】粒子表面が前記表面被覆物によって被覆されている本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末を用いた非磁性下地層は、塗膜の光沢度が193～300%、好ましくは196～300%、より好ましくは200～300%であって、塗膜表面粗度Raが0.5～8.0nm、好ましくは0.5～7.5nm、より好ましくは0.5～7.0nmであって、塗膜のスティフネスは、ヤング率（相対値）が120～160、好ましくは123～160である。

【0059】本発明における磁気記録層は、磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる。

【0060】磁性粒子粉末としては、マグヘマイト粒子粉末（ $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）やマグネタイト粒子粉末（FeO<sub>x</sub>・Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、0<x≤1）等の磁性酸化鉄粒子粉末にCo又はCo及びFeを被着させたCo被着型磁性酸化鉄粒子粉末、前記Co被着型磁性酸化鉄粒子粉末にFe以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B、希土類金属等の異種元素を含有させたCo被着型磁性酸化鉄粒子粉末、鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末、鉄以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B等を含有する鉄合金磁性粒子粉末、Ba、Sr、Ba-Srを含有する板状フェライト粒子粉末等のマグネトプランバイト型板状フェライト粒子粉末並びにこれらにCo、Ni、Zn、Mn、Mg、Tiの2価及び4価の金属から選ばれた保磁力低減剤の1種又は2種以上を含有させた板状マグネトプランバイト型フェライト粒子粉末等のいずれをも用いることができる。

【0061】なお、近年の短波長記録、高密度記録を考慮すれば、鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末、鉄以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B、希土類金属等を含有する鉄合金磁性粒子粉末等が好ましい。

【0062】磁性粒子粉末は、平均長軸径（板状粒子の場合は平均粒子径）が0.01～0.5 $\mu$ m、好ましく

は0.03～0.3 $\mu$ mである。該磁性粒子粉末の粒子の形状は針状もしくは板状が好ましい。ここで「針状」とは、文字通りの針状はもちろん、紡錘状や米粒状などを含む意味である。

【0063】また、磁性粒子粉末の粒子形状が針状の場合、軸比は3以上、好ましくは5以上であり、ビヒクル中における分散性を考慮すれば、その上限値は15であり、好ましくは10である。

【0064】磁性粒子粉末の粒子形状が板状の場合、板状比（粒子の平均粒子径と粒子の平均厚みの比）（以下、「板状比」という。）は2以上、好ましくは3以上であり、ビヒクル中における分散性を考慮すれば、その上限値は20であり、好ましくは15である。

【0065】磁性粒子粉末の磁気特性は、保磁力値が500～3200Oe、好ましくは550～3200Oeであって、飽和磁化値が50～170emu/g、好ましくは60～170emu/gである。高密度記録化等を考慮すれば、保磁力値は、より好ましくは900～3200Oe、飽和磁化値は、より好ましくは70～170emu/gである。

【0066】結合剤樹脂としては、前記非磁性下地層を形成するために用いた結合剤樹脂を使用することができる。

【0067】非磁性下地層上に設けられた磁気記録層の塗膜厚さは、0.01～5 $\mu$ mの範囲である。0.01 $\mu$ m未満の場合には、均一な塗布が困難であり、塗りむら等の現象が出やすくなるため好ましくない。5 $\mu$ mを超える場合には、反磁界の影響のため、所望の電磁変換特性が得られにくくなる。好ましくは0.05～1 $\mu$ mの範囲である。

【0068】磁性粒子粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂100重量部に対し、磁性粒子粉末が200～2000重量部、好ましくは300～1500重量部である。

【0069】磁気記録層中には、通常用いられる潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤等を添加してもよい。

【0070】本発明に係る磁気記録媒体は、磁性粒子粉末としてCo被着型磁性酸化鉄粒子を用いた場合には、保磁力値が500～1500Oe、好ましくは550～1500Oe、角形比（残留磁束密度Br／飽和磁束密度Bm）が0.85～0.95、好ましくは0.86～0.95、塗膜の光沢度が130～200%、好ましくは140～200%、塗膜表面粗度Raが12.0nm以下、好ましくは2.0～11.0nm、より好ましくは2.0～10.0nm、ヤング率が125～160、好ましくは130～160である。

【0071】磁性粒子粉末として鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末又は鉄合金磁性粒子粉末を用いた場合には、保磁力値が800～3200Oe、好ましくは900～3200Oe、角形比（残留磁束密度Br／飽和

磁束密度 $B_m$ )が0.87~0.95、好ましくは0.88~0.95、塗膜の光沢度が193~300%、好ましくは198~300%、塗膜表面粗度 $R_a$ が8.8nm以下、好ましくは2.0~8.3nm、より好ましくは2.0~7.8nm、ヤング率が126~160、好ましくは131~160である。

【0072】磁性粒子粉末として板状マグネトプランバイト型フェライト粒子粉末を用いた場合には、保磁力値が800~3200Oe、好ましくは900~3200Oe、角形比(残留磁束密度 $B_r$ /飽和磁束密度 $B_m$ )が0.85~0.95、好ましくは0.86~0.95、塗膜の光沢度が160~300%、好ましくは170~300%、塗膜表面粗度 $R_a$ が12.0nm以下、好ましくは2.0~11.0nm、より好ましくは2.0~10.0nm、ヤング率が124~160、好ましくは128~160である。

【0073】なお、前記非磁性下地層及び前記磁気記録層の形成に用いる溶剤としては、磁気記録媒体に汎用されているメチルエチルケトン、トルエン、シクロヘキサノン、メチルイソブチルケトン、テトラヒドロフラン及びその混合物等を使用することができる。

【0074】溶剤の使用量は、粒子粉末100重量部に対しその総量で65~1000重量部である。65重量部未満では塗料とした場合に粘度が高くなりすぎ塗布が困難となる。1000重量部を超える場合には、塗膜を形成する際の溶剤の揮発量が多くなりすぎ工業的に不利となる。

【0075】

【発明の実施の形態】本発明の代表的な実施の形態は、次の通りである。

【0076】粒子の平均長軸径、平均短軸径は、電子顕微鏡写真( $\times 30,000$ )を縦方向及び横方向にそれぞれ4倍に拡大した写真に示される粒子約350個について長軸径、短軸径をそれぞれ測定し、その平均値で示した。

【0077】軸比は、平均長軸径と平均短軸径との比で、板状比は、平均粒子径と平均厚みとの比で示した。

【0078】粒子の長軸径及び短軸径(以下、「粒子径」という。)の粒度分布は、下記の方法により求めた値で示した。

【0079】即ち、上記拡大写真に示される粒子の粒子径を測定した値を、その測定値から計算して求めた粒子の実際の粒子径と個数から統計学的手法に従って対数正規確率紙上に横軸に粒子径を、縦軸に所定の粒子径区間のそれぞれに属する粒子の累積個数(積算フルイ下)を百分率でプロットする。そして、このグラフから粒子の個数が50%及び84.13%のそれぞれに相当する粒子径の値を読みとり、幾何標準偏差値=積算フルイ下84.13%における粒子径/積算フルイ下50%における粒子径(幾何平均径)に従って算出した値で示した。

幾何標準偏差値が小さい程、粒子の粒度分布が優れていることを意味する。

【0080】比表面積値はBET法により測定した値で示した。

【0081】針状ヘマタイト粒子の内部や表面に存在するAl量、Si量及びP量のそれぞれは「蛍光X線分析装置3063M型」(理学電機工業(株)製)を使用し、JIS K0119の「けい光X線分析通則」に従って測定した。

【0082】針状ヘマタイト粒子の密度化の程度は、前述した通り、 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値で示した。ここで、 $S_{BET}$ 値は、上記BET法により測定した比表面積の値である。 $S_{TEM}$ 値は、前記電子顕微鏡写真から測定した粒子の平均長軸径 $l\text{ cm}$ 、平均短軸径 $w\text{ cm}$ を用いて粒子を直方体と仮定して数1に従って算出した値である。

【0083】

【数1】 $S_{TEM}$ 値( $\text{m}^2/\text{g}$ )= $\{(4lw+2w^2)/(lw^2 \cdot \rho_p)\} \times 10^{-4}$

(但し、 $\rho_p$ はヘマタイト粒子の真比重であり、 $5.2\text{ g/cm}^3$ を用いた。)

【0084】塗料粘度は、得られた塗料の25℃における塗料粘度を、E型粘度計EMD-R(株式会社東京計器製)を用いて測定し、ずり速度 $D=1.92\text{ sec}^{-1}$ における値で示した。

【0085】非磁性下地層及び磁気記録層の塗膜表面の光沢度は、「グロスメーターUGV-5D」(スガ試験機株式会社製)を用いて塗膜の45°光沢度を測定して求めた。

【0086】表面粗度 $R_a$ は、「Surfcom-575A」(東京精密株式会社製)を用いて塗布膜の中心線平均粗さを測定した。

【0087】塗膜のスティフネスは、「オートグラフ」(株式会社島津製作所製)を用いて塗膜のヤング率を測定して求めた。ヤング率は市販ビデオテープ「AVT-120」(日本ビクター株式会社製)との相対値で表した。相対値が高いほど塗膜のスティフネスが良好であることを示す。

【0088】磁気記録媒体を構成する非磁性支持体、非磁性下地層及び磁気記録層の各層の厚みは、次の通りの測定手法によって測定した。

【0089】デジタル電子マイクロメーターK351C(安立電気株式会社製)を用いて、まず、非磁性支持体の膜厚(A)を測定する。次に、非磁性支持体と該非磁性支持体上に形成された非磁性下地層との厚み(B)(非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みとの総和)を同様にして測定する。更に、非磁性下地層上に磁気記録層を形成することにより得られた磁気記録媒体の厚み(C)(非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みと磁気記録層の厚みとの総和)を同様にして測定する。そし



て、非磁性下地層の厚みは (B) - (A) で示し、磁気記録層の厚みは (C) - (B) で示した。

【0090】磁気特性は、「振動試料型磁力計 VSM-3S-15」(東英工業株式会社製)を使用し、外部磁場 10 K Oe までかけて測定した。

【0091】<紡錘状ヘマタイト粒子粉末の製造>硫酸第一鉄水溶液と炭酸ナトリウム水溶液とを用いて得られた紡錘状ゲータイト粒子粉末(平均長軸径 0.0812  $\mu\text{m}$ 、長軸径の幾何標準偏差値 1.53、平均短軸径 0.0110  $\mu\text{m}$ 、短軸径の幾何標準偏差値 1.33、軸比 7.4 及び BET 比表面積値 168.9  $\text{m}^2/\text{g}$ ) 1200 g を水中に懸濁させてスラリーとし、固形分濃度を 8 g/l に調整した。このスラリー 150 l を加熱し、温度を 60℃ とし、0.1 N の NaOH 水溶液を加えてスラリーの pH 値を 10.0 に調整した。

【0092】次に、上記アルカリ性スラリー中に、焼結防止剤として 3 号水ガラス 36.0 g を徐々に加え、添加が終わった後、60 分間熟成を行った。次に、このスラリーに 0.1 N の酢酸溶液を加え、スラリーの pH 値を 6.0 に調整した。その後、常法により、濾別、水洗、乾燥、粉碎を行い、ケイ素の酸化物が粒子表面に被覆されている紡錘状ゲータイト粒子粉末を得た。ケイ素の含有量は SiO<sub>2</sub> 換算で 0.78 重量%であった。

【0093】得られた紡錘状ゲータイト粒子粉末を金属製の熱処理炉に入れ、150℃で30分間加熱処理を行い、紡錘状ゲータイト粒子粉末中に含まれるゲータイト超微粒子を紡錘状ゲータイト粒子に吸収させた。

【0094】次いで、得られた紡錘状ゲータイト粒子粉末

紡錘状ヘマタイト粒子粉末

スルホン酸ナトリウム基を有する

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂

スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂

シクロヘキサノン

メチルエチルケトン

トルエン

100 重量部

10 重量部

10 重量部

44.6 重量部

111.4 重量部

66.9 重量部

【0098】得られた非磁性塗料を厚さ 14  $\mu\text{m}$  のポリエチレンテレフタレートフィルム上にアプリケーションターを用いて 55  $\mu\text{m}$  の厚さに塗布し、次いで、乾燥させることにより非磁性下地層を形成した。

【0099】得られた非磁性下地層の光沢は 213%、表面粗度 Ra は 6.0 nm、ヤング率は 131 であった。

【0100】<磁気記録層の形成>鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末(平均長軸径 0.103  $\mu\text{m}$ 、平均

鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末

スルホン酸ナトリウム基を有する

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂

スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂

研磨剤

カーボンブラック #3250B

100 重量部

10 重量部

10 重量部

10 重量部

1.0 重量部

末を再度、金属製の熱処理炉に入れ、320℃で30分間加熱脱水処理を行い、紡錘状ゲータイト粒子を脱水して、低密度紡錘状ヘマタイト粒子粉末を得た。得られた低密度紡錘状ヘマタイト粒子粉末は、平均長軸径 0.7856  $\mu\text{m}$ 、長軸径の幾何標準偏差値 1.38、平均短軸径 0.0118  $\mu\text{m}$ 、短軸径の幾何標準偏差値 1.16、軸比 6.1、BET 比表面積値 190.3  $\text{m}^2/\text{g}$ 、 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$  値 2.70 であった。ケイ素の含有量は SiO<sub>2</sub> 換算で 0.78 重量%であった。

【0095】次に、上記低密度紡錘状ヘマタイト粒子粉末 850 g をセラミック製の回転炉に投入し、回転駆動させながら空気中 650℃で30分間熱処理を行い、脱水孔の封孔処理を行った。高密度化された紡錘状ヘマタイト粒子粉末は、平均長軸径が 0.0727  $\mu\text{m}$ 、長軸径の幾何標準偏差値が 1.38、平均短軸径が 0.0120  $\mu\text{m}$ 、短軸径の幾何標準偏差値が 1.17、軸比が 6.1、BET 比表面積値が 86.8  $\text{m}^2/\text{g}$ 、 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$  値が 1.25 であった。ケイ素の含有量は SiO<sub>2</sub> 換算で 0.87 重量%であった。

【0096】<非磁性下地層の形成>得られた高密度紡錘状ヘマタイト粒子粉末と結合剤樹脂及び溶剤とを混合し、固形分率 75 重量%でプラストミルを用いて 30 分間混練した。しかる後、所定量の混練物を取り出し、ガラスビンにガラスビーズ及び溶剤とともに添加し、ペイントコンディショナーで 6 時間混合・分散を行った。

【0097】得られた非磁性塗料の組成は、下記の通りである。

短軸径 0.0152  $\mu\text{m}$ 、軸比 6.8、保磁力値 1910 Oe、飽和磁化値 136 emu/g) と結合剤樹脂及び溶剤とを混合し、固形分率 78 重量%でプラストミルを用いて 30 分間混練して混練物を得た。この混練物をガラスビンにガラスビーズ及び溶剤とともに添加し、ペイントコンディショナーで 6 時間混合・分散を行った。

【0101】その後、研磨剤、潤滑剤及び硬化剤を加え、更に、15 分間混合・分散した。得られた磁性塗料の組成は下記の通りであった。

潤滑剤

硬化剤

シクロヘキサノン

メチルエチルケトン

トルエン

【0102】得られた磁性塗料を前記非磁性下地層の上にアプリケーションを用いて15 $\mu$ mの厚さに塗布した後、磁場中において配向・乾燥し、次いで、カレンダー処理を行った後、60℃で24時間硬化反応を行い0.5インチ幅にスリットして磁気テープを得た。

【0103】得られた磁気テープのHcは2011Oe、角型比(Br/Bm)は0.88、光沢度は235%、表面粗度Raは6.0nm、ヤング率は133であった。

【0104】

【作用】本発明において重要な点は、加熱脱水処理に先立って、針状ゲータイト粒子粉末を100～200℃の温度範囲で加熱処理することにより、長軸径の幾何標準偏差値が1.5以下であって、短軸径の幾何標準偏差値が1.3以下である粒度が均斉な、殊に短軸径の粒度が均斉である針状ヘマタイト粒子粉末を得ることができるという事実である。

【0105】本発明に係る粒度が均斉な針状ヘマタイト粒子粉末が得られる理由について、本発明者は、針状ゲータイト粒子粉末を、100～200℃の温度範囲で加熱処理することにより、ゲータイト超微粒子が針状ゲータイト粒子に吸収されるため、超微粒子成分が少なく、長軸径の粒度が均斉であるとともに短軸径の粒度も均斉である針状ゲータイト粒子粉末が得られるとともに、ゲータイト超微粒子成分が減少することによって、その後

3.0重量部

5重量部

64.9重量部

162.2重量部

97.3重量部

の加熱脱水処理においてゲータイト超微粒子に起因する粒子間の焼結が起こりにくいことにより、針状ゲータイト粒子の均斉な粒度を保持した針状ヘマタイト粒子粉末を得ることができるためと考えている。

【0106】本発明に係る磁気記録媒体は、非磁性下地層用非磁性粒子粉末として本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末を用いた場合、優れた表面平滑性を有している。

【0107】本発明に係る磁気記録媒体の表面平滑性が向上する理由について、本発明者は、本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末の長軸径の幾何標準偏差値が1.5以下、短軸径の幾何標準偏差値が1.3以下であり、粗大な粒子や微細な粒子の存在が少ない均斉な粒子であること及びBET比表面積値が40～150m<sup>2</sup>/gであり、粒子内部及び粒子表面に脱水孔が少ない粒子であることの相乗効果により、ビヒクル中での分散性がより向上し、その結果、得られる非磁性下地層の表面平滑性も更に向上したものと考えている。

【0108】

【実施例】次に、実施例並びに比較例を挙げる。

【0109】ゲータイト粒子1～2

出発原料粒子として、表1に示す特性を有する針状ゲータイト粒子粉末1及び2を準備した。

【0110】

【表1】

出発原料粒子の種類	形状	幾何					
		平均長軸径	長軸の幾何標準偏差値	平均短軸径	短軸の幾何標準偏差値	軸比	BET比表面積値
		( $\mu$ m)	(-)	( $\mu$ m)	(-)	(-)	(m <sup>2</sup> /g)
ゲータイト粒子1	紡錘状	0.0593	1.56	0.0096	1.33	6.2	231.3
"2	針状	0.0932	1.53	0.0126	1.35	7.4	186.8

【0111】ゲータイト粒子3～5

出発原料粒子の種類、焼結防止剤の種類及び量を種々変化させた以外は、前記本発明の発明の実施の形態と同様にして焼結防止処理を行った針状ゲータイト粒子粉末を得た。

【0112】得られた針状ゲータイト粒子粉末の諸特性を表2に示す。

【0113】

【表2】

出発原料粒子の種類	出発原料粒子の種類	焼結防止処理済針状ゲータイト粒子粉末の特性							
		平均長軸径	長軸の幾何標準偏差値	平均短軸径	短軸の幾何標準偏差値	軸比	BET比表面積値	焼結防止剤	
		( $\mu$ m)	(-)	( $\mu$ m)	(-)	(-)	(m <sup>2</sup> /g)	換算元素	量(重量%)
ゲータイト粒子3	実施例の形に記録のゲータイト粒子	0.0813	1.53	0.0110	1.35	7.4	190.8	P	1.08
"4	ゲータイト粒子1	0.0693	1.56	0.0096	1.33	6.2	228.5	P	1.64
"5	"2	0.0931	1.53	0.0128	1.35	7.3	185.2	SiO <sub>2</sub>	1.09

【0114】＜加熱処理＞

ゲータイト粒子6～9

出発原料粒子の種類、加熱処理における温度及び時間を種々変化させた以外は前記発明の実施の形態と同様にし

て針状ゲータイト粒子6～9を得た。

【0117】

【0115】この時の主要製造条件を表3に、得られた針状ゲータイト粒子粉末の諸特性を表4に示す。

【表4】

【0116】

【表3】

ゲータイト粒子 の種類	出発原料 粒子の種類	加熱処理条件		
		雰囲気	温度 (℃)	時間 (min)
ゲータイト粒子6	ゲータイト粒子3	空気	150	30
#7	#4	#	180	30
#8	#5	#	120	20
#9	#4	#	80	30

ゲータイト粒子 の種類	加熱処理後の針状ゲータイト粒子粉末の特性							
	平均長軸径	長軸の誤何 標準偏差値	平均短軸径	短軸の誤何 標準偏差値	軸比	BBT比 表面積値	焼結防止剤	
	( $\mu\text{m}$ )	(-)	( $\mu\text{m}$ )	(-)	(-)	( $\text{m}^2/\text{g}$ )	換算 元素	量 (重量%)
ゲータイト粒子6	0.0812	1.38	0.0109	1.16	7.4	191.2	P	1.18
#7	0.0591	1.43	0.0098	1.21	6.0	227.6	P	1.82
#8	0.0930	1.36	0.0128	1.25	7.3	184.8	SiO <sub>2</sub>	1.20
#9	0.0590	1.53	0.0099	1.32	6.0	225.1	P	1.80

【0118】＜低密度針状ヘマトイト粒子粉末の製造＞  
ゲータイト粒子の種類及び加熱脱水処理における温度及び時間を種々変化させた以外は前記発明の実施の形態と同様にして低密度針状ヘマトイト粒子1～4を得た。

【0121】

【表6】

【0119】この時の主要製造条件を表5に、得られた低密度針状ヘマトイト粒子粉末の諸特性を表6に示す。

【0120】

【表5】

被処理粒子 の種類	ゲータイト粒子 の種類	加熱脱水処理条件		
		雰囲気	温度 (℃)	時間 (min)
ヘマトイト粒子1	ゲータイト粒子6	空気	320	20
#2	#7	#	340	30
#3	#8	#	350	20
#4	#4	#	340	20

被処理粒子 の種類	低密度針状ヘマトイト粒子粉末の特性									
	平均	長軸の強何	平均	短軸の強何	軸比	S <sub>avg</sub> 値	S <sub>std</sub> 値	S <sub>dev</sub> /	焼結防止剤	
	長軸径	標準偏差値	短軸径	標準偏差値					S <sub>std</sub> 値	換算
	(μm)	(-)	(μm)	(-)	(-)	(m <sup>2</sup> /g)	(m <sup>2</sup> /g)	(-)	元素	(重量%)
ヘマトイト粒子1	0.0731	1.37	0.0113	1.16	6.5	226.5	73.3	3.09	P	1.18
＃2	0.0533	1.43	0.0103	1.20	5.2	263.8	81.9	3.22	P	1.81
＃3	0.0841	1.36	0.0131	1.25	6.4	216.8	63.3	3.43	SiO <sub>2</sub>	1.20
＃4	0.0531	1.56	0.0104	1.33	5.1	226.6	81.2	2.79	P	1.79

【0122】実施例1～4及び比較例1～5

針状ヘマトイト粒子粉末の諸特性を表8に示す。

被処理粒子の種類、高温加熱処理における温度及び時間を種々変化させた以外は前記発明の実施の形態と同様にして針状ヘマトイト粒子を得た。

【0124】

【表7】

【0123】この時の主要製造条件を表7に、得られた

実施例 及び 比較例	被処理粒子 の種類	加熱処理条件		
		雰囲気	温度 (℃)	時間 (min)
実施例1	ヘマタイト粒子1	空気	680	30
#2	#2	"	630	40
#3	#3	"	600	40
#4	ゲータイト粒子7	"	650	20
比較例1	#1	"	700	30
#2	#9	"	630	30
#3	ヘマタイト粒子4	"	680	30
#4	#3	"	450	30
#5	#3	"	900	30

【0125】

【表8】

実施例 及び 比較例	値									
	平均 長軸径 ( $\mu\text{m}$ )	長軸の幾何 標準偏差値 (-)	平均 短軸径 ( $\mu\text{m}$ )	短軸の幾何 標準偏差値 (-)	軸比 (-)	$S_{\text{BET}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{TEM}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{BET}}/$ $S_{\text{TEM}}$ 値 (-)	焼結防止剤	
									換算 元素	重 (重量%)
実施例1	0.0730	1.37	0.0114	1.16	6.4	81.2	72.7	1.12	P	1.18
#2	0.0631	1.43	0.0103	1.20	5.2	91.6	81.9	1.12	P	1.81
#3	0.0840	1.36	0.0130	1.25	6.5	71.6	63.8	1.12	SiO <sub>2</sub>	1.2
#4	0.0583	1.40	0.0108	1.27	5.4	84.6	77.8	1.09	P	1.82
比較例1	0.0432	1.61	0.0156	1.35	2.8	58.2	58.2	1.00	P	1.79
#2	0.0456	1.59	0.0152	1.34	3.0	72.3	59.0	1.22	P	1.81
#3	0.0528	1.56	0.0107	1.33	4.9	65.6	79.2	0.83	P	1.79
#4	0.0841	1.35	0.0132	1.28	6.4	186.2	62.8	2.96	SiO <sub>2</sub>	1.2
#5	0.0613	1.59	0.0232	1.38	2.6	36.8	39.4	0.93	SiO <sub>2</sub>	1.21

【0126】比較例6 (特願平9-342163号公報の追試実験例)

＜高密度針状ヘマタイト粒子粉末の製造＞ゲータイト粒子粉末5 (出発原料粒子粉末) 1000gを、ステンレス製回転炉に投入し、回転駆動させながら空気中で340℃で30分間熱処理を行って加熱脱水し、低密度針状ヘマタイト粒子粉末を得た。得られた低密度針状ヘマタイト粒子粉末は、平均長軸径が0.0839 $\mu\text{m}$ 、長軸径の幾何標準偏差値が1.52、平均短軸径が0.0134 $\mu\text{m}$ 、短軸径の幾何標準偏差値が1.38、軸比が6.3、BET比表面積値が213.6 $\text{m}^2/\text{g}$ 、 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$  値が3.45、ケイ素の含有量はSiO<sub>2</sub>換算で1.21重量%であった。

【0127】次に、上記低密度針状ヘマタイト粒子粉末850gをセラミック製の回転炉に投入し、回転駆動させながら空気中630℃で20分間熱処理を行い、脱水孔の封孔処理を行った。高密度化された針状ヘマタイト粒子粉末は、平均長軸径が0.0830 $\mu\text{m}$ 、長軸径の幾何標準偏差値が1.52、平均短軸径が0.0138 $\mu\text{m}$ 、短軸径の幾何標準偏差値が1.38、軸比が6.0、BET比表面積値が69.4 $\text{m}^2/\text{g}$ 、 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$  値が1.15、ケイ素の含有量はSiO<sub>2</sub>換算で1.22重量%であった。

【0128】得られた高密度針状ヘマタイト粒子粉末800gを奈良式粉碎機で粗粉碎した後、純水4.7lに投入し、ホモキサー (特殊機化工業株式会社製) を用いて60分間解膠し、スラリーを横型SGM (ディスパ

マットSL: エスシー・アディケム株式会社製) で循環しながら、軸回転数2000rpmのもとで3時間分散した。得られたスラリー中の高密度針状ヘマタイト粒子粉末の325mesh (目開き44 $\mu\text{m}$ ) における篩残分は0%であった。

【0129】＜高密度針状ヘマタイト粒子粉末の酸による溶解処理＞得られた高密度針状ヘマタイト粒子粉末のスラリーに水を添加して該スラリーの濃度を100g/lとした後、当該スラリーを7l採取した。採取したスラリーを攪拌しながら、70重量%の硫酸水溶液を加えて硫酸濃度を1.3Nとし、スラリーのpH値を0.59に調整した。次に、このスラリーを攪拌しながら加熱して80℃まで昇温し、その温度で3時間保持して溶解処理を行って、液中に存在している高密度針状ヘマタイト粒子粉末全体量の20.2重量%を溶解させた。

【0130】次に、このスラリーを濾過して濾液 (硫酸鉄の酸性水溶液) を分離した後、デカンテーション法により水洗し、pH値が5.0の水洗スラリーとした。この時点でのスラリー濃度を確認したところ79g/lであった。

【0131】次に、得られた水洗スラリー2lをブフナーロートを用いて濾別し、純水を通水して濾液の電導度が30 $\mu\text{S}$ 以下になるまで水洗し、その後、常法によって乾燥させた後、粉碎して、高密度針状ヘマタイト粒子粉末を得た。得られた高密度針状ヘマタイト粒子粉末は、平均長軸径が0.0785 $\mu\text{m}$ 、長軸径の幾何標準偏差値が1.46、平均短軸径が0.0128 $\mu\text{m}$ 、短

軸径の幾何標準偏差値が1.33、軸比が6.1、BET比表面積値が74.8m<sup>2</sup>/g、S<sub>BET</sub>/S<sub>TEM</sub>値が1.15、ケイ素の含有量はSiO<sub>2</sub>換算で1.33重量%であった。

### 【0132】＜表面被覆処理＞

実施例5～8

被処理粒子の種類、被覆工程の添加前pH値、添加物種類、添加量及び最終pHを種々変化させた以外は前記発

明の実施の形態と同様にして表面被覆物によって被覆された針状ヘマタイト粒子を得た。

【0133】この時の主要製造条件を表9に、得られた表面被覆物によって被覆された針状ヘマタイト粒子粉末の諸特性を表10に示す。

### 【0134】

【表9】

実施例	被処理粒子の種類	水懸液の濃度 (g/l)	アルミニウム化合物、ケイ素化合物による被覆工程			
			添加前 pH値 (-)	アルミニウム化合物、ケイ素化合物		最終 pH値 (-)
				添加物種類	添加量 Al換算(重量%) SiO <sub>2</sub> 換算(重量%)	
実施例5	実施例1	45	4.0	酢酸アルミニウム	3.0	7.0
#6	#2	45	10.0	3号水ガラス	1.0	6.8
#7	#3	45	10.1	アルミン酸ナトリウム	5.0	7.5
#8	#4	45	10.3	アルミン酸ナトリウム 3号水ガラス	2.0 0.5	7.0

### 【0135】

【表10】

実施例	表面被覆処理後の針状ヘマタイト粒子粉末の特性											
	平均 長軸径 (μm)	長軸の幾何標準偏差値 (-)	平均 短軸径 (μm)	短軸の幾何標準偏差値 (-)	軸比 (-)	S <sub>BET</sub> 値 (m <sup>2</sup> /g)	S <sub>TEM</sub> 値 (m <sup>2</sup> /g)	S <sub>BET</sub> /S <sub>TEM</sub> 値 (-)	焼結防止剤		アルミニウム の水酸化物 による表面 被覆量 (Al換算) (重量%)	ケイ素の酸 化物による 表面被覆量 (SiO <sub>2</sub> 換算) (重量%)
									換算 元素	量 (重量%)		
実施例5	0.0730	1.37	0.0114	1.16	6.4	80.1	72.7	1.10	P	1.16	2.91	---
#6	0.0531	1.42	0.0103	1.19	5.2	92.1	81.9	1.12	P	1.76	---	0.99
#7	0.0841	1.36	0.0130	1.25	6.5	73.8	63.7	1.16	SiO <sub>2</sub>	1.10	4.73	---
#8	0.0583	1.39	0.0108	1.27	5.4	85.1	77.8	1.09	P	1.78	1.94	0.49

### 【0136】実施例9～16及び比較例7～16

実施例1～8、ヘマタイト粒子1～4及び比較例1～6で得られた各粒子粉末を用いて前記発明の実施の形態と同様にして非磁性下地層を形成した。

【0137】この時の主要製造条件及び得られた非磁性下地層の諸特性を表11に示す。

### 【0138】

【表11】

実施例 及び 比較例	非磁性塗料の製造			非磁性下地層の特性			
	非磁性粒子粉末 の種類	粉末/樹脂 の重量比 (-)	粘度 (cP)	膜厚 (μm)	光沢度 (%)	Ra (nm)	ヤング率 (相対値)
実施例9	実施例1	5.0	640	0.35	211	6.2	135
#10	#2	5.0	712	0.35	219	5.8	132
#11	#3	5.0	512	0.36	206	6.0	138
#12	#4	5.0	896	0.34	198	6.8	131
#13	#5	5.0	589	0.35	213	6.0	136
#14	#6	5.0	563	0.35	223	5.5	132
#15	#7	5.0	410	0.35	209	5.7	138
#16	#8	5.0	793	0.36	206	6.1	132
比較例7	ヘマタイト粒子1	5.0	21,760	0.41	84	48.2	87
#8	#2	5.0	19,200	0.38	76	58.3	81
#9	#3	5.0	20,300	0.37	53	89.0	73
#10	#4	5.0	20,810	0.37	75	41.6	76
#11	比較例1	5.0	717	0.36	153	21.6	108
#12	#2	5.0	614	0.35	158	18.9	113
#13	#3	5.0	563	0.35	168	16.8	119
#14	#4	5.0	14,410	0.37	102	32.1	90
#15	#5	5.0	307	0.34	173	36.2	81
#16	#6	5.0	640	0.35	186	9.0	123

### 【0139】磁性粒子a～e

磁気記録媒体用磁性粒子として磁性粒子a～eを用意した。

【0140】磁性粒子a～eの諸特性を表12に示す。

### 【0141】

【表12】

磁性粒子	種 類	磁性粒子粉末の特性					
		平均長軸径	平均短軸径	軸比	幾何標準 偏差値	保磁力値	飽和磁化値
		( $\mu\text{m}$ )	( $\mu\text{m}$ )	(-)	(-)	(Oe)	G
磁性粒子(a)	鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末	0.121	0.0177	7.2	1.39	1,915	135.6
磁性粒子(b)	鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末	0.105	0.0148	7.1	1.36	1,680	128.3
磁性粒子(c)	バリウムフェライト粒子粉末 (Ti/Fc=1.5mol%, Ni/Fc=2.8mol%)	(板面径) 0.0320	(厚み) 0.0090	(板状比) 3.56	1.40	2,587	50.1
磁性粒子(d)	Co被覆マグネタイト粒子粉末 (Co含有量=4.82wt%)	0.151	0.0221	6.8	1.44	913	81.3
磁性粒子(e)	Co被覆マグヘマイト粒子粉末 (Co含有量=4.21wt%)	0.211	0.0285	7.4	1.36	845	78.9

【0142】実施例17～24及び比較例17～26 10 【0143】この時の主要製造条件及び得られた磁気記録媒体の諸特性を表13に示す。

非磁性下地層の種類及び磁性粒子の種類を種々変化させた以外は前記発明の実施の形態と同様にして磁気記録媒体を得た。

【0144】  
【表13】

実施例 及び 比較例	磁気記録媒体の製造				磁気記録媒体の特性					
	非磁性下地 層の種類	磁性粒子的種類	粉末/樹脂 の重量比 (-)	磁気記録層 の厚さ (μm)	保磁力値 (Oe)	B <sub>r</sub> /B <sub>m</sub>	光沢度 (%)	R <sub>a</sub> (nm)	ヤング率 (相対値)	
	実施例9	磁性粒子(a)				(-)				
実施例17	実施例9	磁性粒子(a)	5.0	1.0	2,009	0.87	236	6.0	138	
# 18	# 10	# (b)	5.0	1.1	1,781	0.87	241	5.6	133	
# 19	# 11	# (c)	5.0	1.0	2,689	0.87	198	6.4	136	
# 20	# 12	# (d)	5.0	1.1	923	0.89	195	6.2	135	
# 21	# 13	# (a)	5.0	1.0	2,015	0.88	236	5.8	138	
# 22	# 14	# (b)	5.0	1.0	1,786	0.89	246	5.5	135	
# 23	# 15	# (d)	5.0	1.0	993	0.89	194	5.8	140	
# 24	# 16	# (c)	5.0	1.1	930	0.91	196	5.8	134	
比較例17	比較例7	# (a)	5.0	1.2	1,968	0.68	158	38.4	95	
# 18	# 8	# (a)	5.0	1.2	1,954	0.70	161	41.6	90	
# 19	# 9	# (a)	5.0	1.1	1,985	0.71	166	68.2	81	
# 20	# 10	# (a)	5.0	1.1	1,975	0.69	155	32.0	83	
# 21	# 11	# (a)	5.0	1.1	1,986	0.76	176	18.5	112	
# 22	# 12	# (a)	5.0	1.1	1,988	0.78	176	16.5	116	
# 23	# 13	# (c)	5.0	1.0	2,656	0.68	134	36.4	98	
# 24	# 14	# (d)	5.0	1.1	966	0.78	110	18.5	101	
# 25	# 15	# (c)	5.0	1.1	923	0.80	113	17.2	95	
# 26	# 16	# (a)	5.0	1.1	1,986	0.86	191	8.9	125	

【0145】

【発明の効果】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末は、非磁性下地層用非磁性粒子粉末として用いた場合、表面平滑性に優れた非磁性下地層を得ることができ、該非磁性下地層を用いて磁気記録媒体とした場合、表面平滑性に優れた磁気記録媒体とすることができるため、高

密度磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適である。

【0146】また、本発明に係る磁気記録媒体は、上述した通り、表面平滑性に優れているので高密度磁気記録媒体として好適である。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4G002 AA06 AA12 AB00 AB03 AD01  
AE03  
5D006 CA04 FA00